

中华人民共和国国家标准
《微量元素预混合饲料混合均匀度的测定》

编制说明

(征求意见稿)

长沙兴嘉生物工程股份有限公司

正大预混料(天津)有限公司

昕嘉生物技术(长沙)有限公司

2024年12月

目录

一、工作简况	2
1.1 任务来源	2
1.2 标准修订背景	2
1.3 主要工作过程	3
二、标准编制原则和主要技术内容确定的依据	5
2.1 标准编制原则	5
2.2 主要修订内容	5
三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果	7
3.1 范围	7
3.2 第一法比色法	8
3.2.1 稀释倍数验证试验	8
3.2.2 邻菲罗啉用量试验	8
3.2.3 再现性验证	9
3.2.4 比色法与 GB/T13885 原子吸光光度法对比	10
3.3 示踪元素选择	11
3.3 第二法原子吸收光谱法	12
3.3.1 方法验证	12
3.3.2 再现性验证	12
3.3.3 适用性验证	13
3.4 第一法与第二法混合均匀度测定对比分析	15
四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况	17
五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准	17
六、与有关法律、法规的关系	17
七、重大分歧意见的处理经过和依据	17
八、涉及专利的有关说明	17
九、贯彻国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议	17
十、其他应当说明的事项	17
参考文献	18

一、工作简况

1.1 任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2023 年国家标准复审修订计划的通知》（国标委发 2023【64】号），本标准修订项目编号为 20232847-T-469，项目名称为《微量元素预混合饲料混合均匀度的测定》，项目承担单位为长沙兴嘉生物工程股份有限公司、正大预混料（天津）有限公司、昕嘉生物技术（长沙）有限公司，本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

1.2 标准修订背景

微量元素是动物维持生命和生产必不可少的营养成分，参与机体内几乎所有生理生化过程，与动物生长和健康密切相关，但由于微量元素的种类较多，同一元素有不同形态，采购难度大，为满足使用简单方便的要求，以多种微量矿物元素化合物与载体或稀释剂按一定比例配制的均匀混合物—微量元素预混合饲料进入市场，需求量逐年增大，也受到更多客户的青睐。微量元素预混合饲料是两种及以上微量元素按一定比例进行混合，必须保证混合的均匀度，而《微量元素预混合饲料混合均匀度的测定》正是针对此要求的测定方法。

目前，国内外食品、饲料类混合均匀度相关检测方法标准方法见表 1。

表 1 国内外食品、饲料类混合均匀度相关检测方法标准

序号	标准编号	标准名称
1	GB/T5918—2008	饲料产品混合均匀度的测定
2	YC/T426-2012	烟草混合均匀度的测定
3	T/CIS11001—2020	中药生产过程粉体混合均匀度在线检测近红外光谱法
4	DB32/T1271—2008	维生素预混饲料混合均匀度测定方法
5	ASTME2709—23	Standard Practice for Demonstrating Capability to Comply with an Acceptance Procedure
6	ASTME2810—19	Standard Practice for Demonstrating Capability to Comply with the Test for Uniformity of Dosage Units
7	ISO33405:2024	Referencematerials— Approachesforcharacterizationandassessmentofhomogeneityandstability

目前，国内饲料、食品中混合均匀度的检测方法主要是通过通过对物料本身含有的特性值及其分布的测定和考察，或在饲料混合前额外添加示踪物质，进而用于表征和评价物料混合均匀程度的指标，如 GB/T5918-2008 中选用的本体特征值为氯离子；额外添加甲基紫作为示踪物质。

上一版《微量元素预混合饲料混合均匀度的测定》于 2008 年发布实施，方法实行 10 余年，需要进行适当更新和完善，以更好检测、反映产品混合均匀度的参数。本次标准主要修订内容为增加以铜为示踪元素的测定方法，以满足市场上部分不含铁元素的微量元素预混合饲料的混合均匀度测定需求。

1.3 主要工作过程

1.3.1 成立标准编制小组

2024 年 1 月，长沙兴嘉生物工程股份有限公司、正大预混料（天津）有限公司、昕嘉生物技术（长沙）有限公司接到国家标准修订任务后，成立了标准编制小组，落实了人员分工。

表 2 标准主要起草人员和任务分工

人员	职称	任务分工
		项目主持人，负责项目的全面工作
		项目实施方案、标准文本和编制说明编写和完善、征求意见、
		方法验证
		标准文本和编制说明编写和完善、样品选取、样品检测
		标准文本和编制说明编写和完善

1.3.2 标准修订技术路线和方案制定

2024 年 1 月，标准编制小组查阅了国内外有关标准文献资料，同时调研国内主要饲料质检机构、饲料生产企业等微量检测仪器设备、标准方法采用情况，制定了标准修订内容和技术路线草案。2024 年 2 月，长沙兴嘉生物工程股份有限公司组织有关专家、主要起草人员召开标准修订项目启动会，确定标准修订的主要内容、技术路线（见图 1）、

分工、完成时限等。

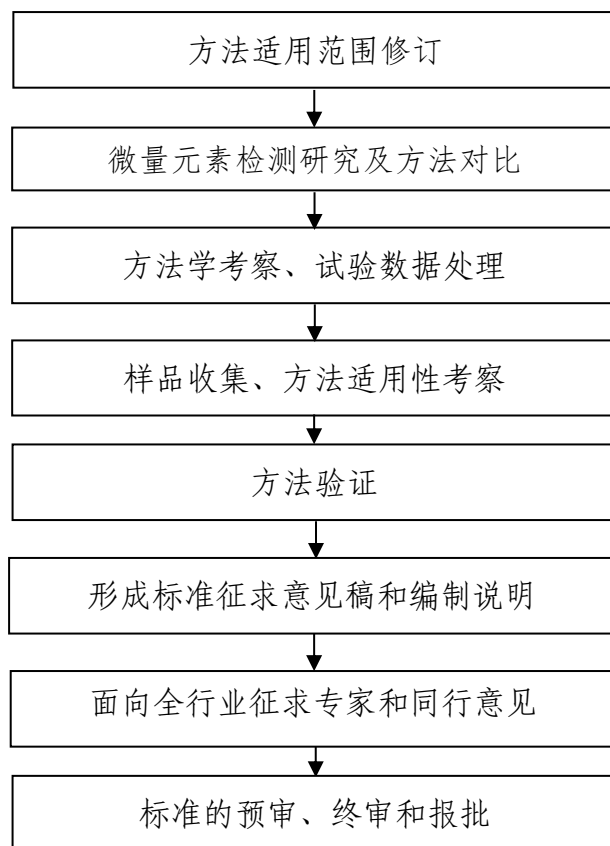


图 1 标准修订技术路线图

1.3.3 样品收集、方法学研究和实际样品检测

2024 年 3 月~2024 年 4 月，开展样品收集、方法学研究和实际样品检测。

1.3.4 编写编制说明和征求意见稿

2024 年 4 月~8 月，标准编制小组完成标准文本、编制说明定向征求意见稿编制工作。

1.3.5 定向征求意见

2024 年 9 月，标准编制小组开展定向征求意见工作。

二、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

2.1 标准编制原则

按照 GB/T1.1—2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T20001.4—2015《标准编制规则第4部分：试验方法标准》的规定和要求编写标准全文。查阅了国内外相关标准，结合现行标准实施情况，以保证标准的先进性和衔接性。编制依据如下：

- (1) 遵循国家颁布的相关法律法规；
- (2) 有关国家或行业标准；
- (3) 国内外有关标准和参考文献；
- (4) 标准编制小组调研和实测的样品检测数据。

标准制定结合国内外检测技术发展趋势和我国饲料行业发展现状，力求做到技术上先进、经济上合理，确保标准方法的准确性、可靠性和通用性。

2.2 主要修订内容

本标准代替 GB/T10649—2008《微量元素预混合饲料混合均匀度的测定》，与 GB/T10649—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

表 3 标准修订前后技术内容对比

No.	章条编号	原 GB/T10649-2008	修订后	主要技术差异
1.	1	1 范围 本标准规定了微量元素预混合饲料混合均匀度的测定方法。 本标准适用于含铁盐的微量元素预混合饲料混合均匀度的检测。	1 范围 本文件描述了微量元素预混合饲料混合均匀度的测定方法。 本文件中“第一法比色法”适用于含铁的微量元素预混合饲料的混合均匀度的测定；“第二法原子吸收光谱法”适用于不含铁，含铜的微量元素预混合饲料的混合均匀度的测定。	新增“第二法原子吸收光谱法”，同步修订范围
2.	2	2 规范性引用文件 下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不	2 规范性引用文件 下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期	规范性引用文件更新

No.	章条编号	原 GB/T10649-2008	修订后	主要技术差异
		<p>包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。</p> <p>GB/T6682分析实验室用水规格和试验方法(GB/T6682—1992, neqISO3696: 1987)</p> <p>GB/T20195动物饲料试样的制备</p>	<p>对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。</p> <p>GB/T6682分析实验室用水规格和试验方法</p> <p>GB/T20195动物饲料试样的制备</p>	
		<p>GB/T6682分析实验室用水规格和试验方法(GB/T6682—1992, neqISO3696: 1987)</p> <p>GB/T20195动物饲料试样的制备</p>	<p>2 规范性引用文件</p> <p>GB/T13885饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定原子吸收光谱法</p>	新增 1 个规范性引用文件
3.	3	无。	<p>3 术语和定义</p> <p>本文件没有需要界定的术语和定义。</p>	编辑性修改
4.	3	<p>本法通过盐酸羟胺将样品溶液中的铁还原成二价铁离子,再与显色剂邻菲罗啉反应,生成橙红色的络合物,用比色法测定铁的含量,以同一批次试样中铁含量的差异来反映所测产品的混合均匀度。</p>	<p>试样用酸溶解后,以盐酸羟胺将样品溶液中的三价铁离子还原成二价铁离子,再与显色剂邻菲罗啉反应,生成橙红色的络合物,用比色法测定铁的吸光度,以同一批次试样铁含量(即单位质量的吸光度)的差异评价产品混合均匀度。</p>	修改原理的不恰当表述
5.	4	<p>4 试剂</p> <p>以下试剂除特别注明外,均为分析纯。水为蒸馏水,符合GB/T6682的三级用水规定。</p>	<p>4.2 试剂或材料</p> <p>除非另有规定,仅使用分析纯试剂。</p> <p>4.2.1水: GB/T6682, 三级。</p>	编辑性修改
6.	4.2/4.4	<p>4.2 盐酸羟胺溶液(100 g/L): 称取 10 g 盐酸羟胺溶于水中,再用水稀释至 100 mL,摇匀,保存于棕色瓶中并置于冰箱内保存。</p> <p>4.4 邻菲罗啉溶液(1 g/L): 称取0.1 g邻菲罗啉加入80℃水80 mL溶解,冷却后用水稀释至100 mL,摇匀,保存于棕色瓶中并置于冰箱内保存</p>	<p>4.2.3 盐酸羟胺溶液(100 g/L): 称取 10 g 盐酸羟胺溶于水中,再用水稀释至 100 mL,摇匀,保存于棕色瓶中并置于冰箱内 4℃~8℃保存。</p> <p>4.2.5 邻菲罗啉溶液(1 g/L): 称取0.1 g邻菲罗啉加入80℃水80 mL溶解,冷却后用水稀释至100 mL,摇匀,保存于棕色瓶中并置于冰箱内4℃~8℃保存</p>	明确冰箱内保存温度
7.	5	<p>5 仪器和设备</p> <p>5.1 分析天平: 感量 0.1mg。</p>	<p>4.3 仪器和设备</p> <p>4.3.1 分析天平: 精度</p>	编辑性修改

No.	章条编号	原 GB/T10649-2008	修订后	主要技术差异
			0.0001g。	
8.	7	6 采样 7 试样制备	4.4 样品	编辑性修改
9.	8	8 测定步骤 准确称取 1g~10g 试样 (精确至 0.0002g) 于 250mL 烧杯中,	4.6 测定步骤 准确称取 1g~10g 试样 (精确至 0.0001g) 于 250mL 烧杯中,	称样精密度与仪 器统一
10.	8	8 测定步骤 用水稀释至 250mL, 摇 匀, 过滤。准确移取 2mL 滤液 于 25mL 容量瓶中加入 1mL 盐 酸羟胺溶液 。。。 再加入邻菲罗啉溶液 1mL (对于高铜的预混合饲料 邻菲罗啉溶液可酌情提高用 量至 3ml~5mL)	4.6 测定步骤 用水稀释至 250 mL, 摇 匀, 过滤。如有必要可进一步 稀释, 使试样溶液中铁浓度约 为 10 μg/mL。 。。。 再加入 5 mL 邻菲罗啉溶 液	针对铁含量较 高、较低的产品 补充稀释步骤 修改邻菲罗啉用 量的不明确表述
11.	9	8 结果计算 “由于试液中铁离子含 量与其吸光度值存在线性关 系, 所以下计算直接以试 液吸光度值进行。” 9.1 “单位质量的吸光度值”	4.6 试验数据处理 “由于试液中铁离子含 量与其吸光度值存在线性关 系, 所以试样中铁含量以单 位质量的吸光度值 X_i 表示。” 4.6.1 “铁的单位质量的吸光 度值”	编辑性修改
12.	9.4	9.4 测定步骤 计算结果保留到小数点 后两位。	4.7.4 测定步骤 计算结果保留 2 位小数。	编辑性修改
13.	5	无。	5 第二法原子吸收光谱法	新增方法

三、试验验证的分析、综述报告, 技术经济论证, 预期的经济效果

3.1 范围

新增“第二法原子吸收光谱法”，确认了两法的适用检测对象。

原标准中为适用于“含铁盐的微量元素”，部分有机螯合微量元素添加剂，金属螯合物中的配体是中性的，不提供阴离子，那么它就不属于传统意义上的盐。例如，某些有机配体如多胺或多酚类化合物，它们可以与金属离子形成稳定的螯合物，但这些配体本身不带电荷，因此形成的螯合物不具有离子化合物的特性。因此为正确表达，原标准范围内容中的“铁盐”修订为“铁”及“铜”。因此范围修订为：

本文件描述了微量元素预混合饲料混合均匀度的测定方法。

本文件中“第一法比色法”适用于含铁的微量元素预混合饲料的混合均匀度的测定；“第二法原子吸收光谱法”适用于不含铁，含铜的微量元素预混合饲料的混合均匀度的测定。

3.2 第一法比色法

3.2.1 稀释倍数验证试验

原GB/T 10649-2008中在上机前的前处理为“定容至250mL”....“移取2mL滤液于25mL容量瓶中”，在实际样品检测时及专家反馈意见中，对于部分铁含量过高或过低的情况下，会出现吸光值高于0.8或低于0.2的情况，为保证标准的适用范围，增加配置上机前溶液的试样溶液的浓度要求。

参考NY/T 1498-2008《饲料添加剂 蛋氨酸铁》中标准曲线的规定，确认配置上机前溶液的试样溶液的浓度要求为“使试样溶液中铁浓度约为10 μg/mL”

因此标准修订为“用水稀释至250 mL，摇匀，过滤。如有必要可进一步稀释，使试样溶液中铁浓度约为10 μg/mL。”

3.2.2 邻菲罗啉用量试验

原GB/T 10649-2008中对邻菲罗啉用量的规定为“再加入邻菲罗啉溶液1 mL（对于高铜的预混合饲料邻菲罗啉溶液可酌情提高用量至3 mL~5 mL）”，其中应提高用量的高铜预混合饲料的铜含量未进行具体规定，对于实际的检测工作易产生疑惑。

本次修标在考虑过量的邻菲罗啉不会对试样溶液的吸光度造成影响的情况，见表4，因此统一邻菲罗啉的添加量为“5mL”，修订原标准的不明确表示。修订为“再加入5 mL邻菲罗啉溶液”。

表4 邻菲罗啉溶液对吸光度的影响

邻菲罗啉添加量 (mL)	1	2	3	4	5
吸光度	0.501	0.489	0.492	0.498	0.487

3.2.3再现性验证

分别选取铁含量在20g/kg、75g/kg左右的2个微量元素预混合饲料样品，吸光度分别为0.3、0.7左右，以验证吸光度0.2~0.8范围内的再现性。每个类型微量元素预混合饲料中抽取10个有代表性的原始样品，每个样品的重量为100g。该试样分别寄送至长沙兴嘉生物工程股份有限公司、昕嘉生物技术（长沙）有限公司实验室按第一法比色法分别测定混合均匀度，试验结果见表2。

表4 实验室间混合均匀度测定结果

	20g/kg					75g/kg				
	序号	称样量	吸光值	单位质量吸光值	混合均匀度 (%)	序号	称样量	吸光值	单位质量吸光值	混合均匀度 (%)
长沙兴嘉	1	1.0018	0.345	0.344	1.34	1	1.0045	0.763	0.760	1.68
	2	1.0015	0.341	0.340		2	1.0083	0.772	0.766	
	3	1.0034	0.337	0.336		3	1.0014	0.765	0.764	
	4	1.0041	0.333	0.332		4	1.0018	0.798	0.797	
	5	1.0023	0.337	0.336		5	1.0025	0.790	0.788	
	6	1.0036	0.335	0.334		6	1.0032	0.769	0.767	
	7	1.0017	0.347	0.346		7	1.0018	0.768	0.767	
	8	1.0037	0.338	0.337		8	1.0033	0.793	0.790	
	9	1.0039	0.339	0.338		9	1.0094	0.774	0.767	
	10	1.0038	0.344	0.343		10	1.0062	0.773	0.768	
昕嘉生物	20g/kg					75g/kg				
	序号	称样量	吸光值	单位质量吸光值	混合均匀度 (%)	序号	称样量	吸光值	单位质量吸光值	混合均匀度 (%)
	1	1.0025	0.333	0.332	1.53	1	1.0027	0.774	0.772	1.48
	2	1.0052	0.347	0.345		2	1.0045	0.784	0.780	
	3	1.0004	0.344	0.344		3	1.0095	0.792	0.785	
	4	1.0057	0.339	0.337		4	1.0047	0.788	0.784	
	5	1.0050	0.337	0.335		5	1.0031	0.791	0.789	
	6	1.0054	0.335	0.333		6	1.0053	0.767	0.763	
7	1.0040	0.347	0.346	7		1.0067	0.782	0.777		

	8	1.0066	0.338	0.336			8	1.0093	0.796	0.789	
	9	1.0067	0.339	0.337			9	1.0064	0.771	0.766	
	10	1.0042	0.344	0.343			10	1.0094	0.763	0.756	

表5实验室间混合均匀度测定结果对比

实验室	混合均匀度 (%)	
	20g/kg	75g/kg
长沙兴嘉	1.34	1.68
昕嘉生物	1.53	1.48
相对偏差 (%)	6.62	6.33

如表3所示，两个实验室间测定同一样品的混合均匀度相对偏差分别为6.62%、6.33%，表明该方法针对不同铁含量的微量元素预混合饲料产品的混合均匀度测定有较好的再现性。

3.2.4 比色法与GB/T13885原子吸光光度法对比

选取两类产品，每个类型微量元素预混合饲料中抽取10个有代表性的原始样品，每个样品的重量为100g。分别按第一法比色法及按GB/T13885的规定，通过原子吸收光谱法测定铁的含量，以同一批次试样中铁的质量分数的差异来反映所测产品的混合均匀度，测定结果见表6、表7。

表6比色法均匀度测定结果

	样品1#					样品2#				
	序号	称样量	吸光值	单位质量吸光值	混合均匀度 (%)	序号	称样量	吸光值	单位质量吸光值	混合均匀度 (%)
比色法	1	1.0045	0.778	0.775	1.71	1	1.0045	0.517	0.516	1.36
	2	1.0083	0.787	0.781		2	1.0083	0.512	0.511	
	3	1.0014	0.780	0.779		3	1.0014	0.505	0.503	
	4	1.0018	0.814	0.813		4	1.0018	0.500	0.498	
	5	1.0025	0.806	0.804		5	1.0025	0.505	0.504	
	6	1.0032	0.784	0.781		6	1.0032	0.503	0.501	
	7	1.0018	0.783	0.782		7	1.0018	0.520	0.519	
	8	1.0033	0.809	0.806		8	1.0033	0.507	0.505	
	9	1.0094	0.789	0.782		9	1.0094	0.508	0.506	
	10	1.0062	0.788	0.783		10	1.0062	0.516	0.514	

表7原子吸收光谱法测定结果

	样品1#				样品2#			
	序号	称样量	铁含量 (g/kg)	混合均匀 度 (%)	序号	称样量	铁含量 (g/kg)	混合均匀 度 (%)
原子 吸收 光谱 法	1	1.0045	72.2	1.53	1	1.0285	28.4	2.73
	2	1.0048	74.8		2	1.0104	30.0	
	3	1.0155	72.3		3	1.0191	28.5	
	4	1.0024	74.3		4	1.0415	27.3	
	5	1.0079	75.3		5	1.0457	28.5	
	6	1.0055	75.3		6	1.0029	28.0	
	7	1.0112	73.9		7	1.0269	29.6	
	8	1.0069	73.9		8	1.0055	29.1	
	9	1.0068	72.9		9	1.0189	29.2	
	10	1.0040	74.4		10	1.0307	29.3	

表8比色法与原子吸收光谱法混合均匀度测定结果对比

方法	样品1#	样品2#
比色法	1.71	1.36
原子吸收光谱法	1.53	2.73
绝对差值 (%)	0.18	1.37

如表8所示，两个方法间测定同一样品的混合均匀度绝对差值分别为0.18%、1.37%，表明两个方法间对于不同铁含量的样品的检测精密度存在一定差异，不同的方法会导致混合均匀度的测定结果存在差异。

3.3示踪元素选择

本次修订为满足市场上部分不含铁元素的微量元素预混合饲料的混合均匀度测定需求，需新增一种元素进行示踪。通常微量元素预混合饲料中主要独立元素有：铜、铁、锌、锰、碘、硒、钴、铬、镁、钾、钠、钙等，标准制定小组通过调研，从以下几个因素综合考虑，选择铜为示踪元素。

(1) 适用性广：铜元素在各种类微量元素预混合饲料中都有添加，适用性广；经调研南宁市泽威尔饲料有限责任公司、四川吉隆达生物科技集团有限公司、湖南德邦生物科技股份有限公司、长沙兴嘉生物工程股份有限公司、昕嘉生物技术（长沙）有限公司等主要生产企业，铜元素+铁元素可覆盖总产量99.5%以上的产品。对于同时不含铜元素、铁元素的产品，产品类型和产量较低，本次标准修订不考虑纳入。

(2) 含量合适：铜元素含量在各种类微量元素预混合饲料中添加量为1g/kg—100g/kg，可避免含量过低出现因采样或检测精密度引入的误差；

(3) 检测精密度高：参考GB/T13885给出的重复性限（r）和再现性限（R），铜元素的检测精密度相对于锌、锰、镁、钾、钠、钙更优，能够降低检测方法引入的误差；

(4) 专一性较好：铜化学性质较为稳定，微量元素预混合饲料中的铜元素不易出现价态或性质的较大改变。

3.3第二法原子吸收光谱法

按GB/T13885《饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定原子吸收光谱法》的规定执行，通过原子吸收光谱法测定铜的含量，以同一批次试样中铜的质量分数的差异来反映所测产品的混合均匀度。

3.3.1方法验证

微量元素预混合饲料的混合均匀度测定第二法原子吸收光谱法中铜含量的测定引用GB/T13885《饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定原子吸收光谱法》，GB/T13885为成熟的国家标准方法，方法的重复性、正确性及适用性已经在该标准制定时完成验证，本次标准为计算方法，因此重复性、正确性及适用性不需再次验证说明。

3.3.2再现性验证

根据市场调研，主要微量元素预混合饲料产品的铜含量在1g/kg~100g/kg，选取铜含量在2g/kg的1个微量元素预混合饲料样品进行再现性试验。在微量元素预混合饲料中抽取10个有代表性的原始样品，每个样品的重量为100g。该试样分别寄送至长沙兴嘉生物工程股份有限公司、昕嘉生物技术（长沙）有限公司实验室、正大预混料（天津）有限公司、按修订标准第二法原子吸收光谱法分别测定混合均匀度，试验结果见表9。

表9实验室间混合均匀度测定结果

长沙兴嘉	长沙兴嘉				昕嘉生物				正大预混料			
	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀度 (%)	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀度 (%)	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀度 (%)
	1	2.0316	18.89	3.87	1	2.0143	18.35	3.51	1	2.0000	19.0	4.14
	2	2.0061	19.23		2	2.0381	17.80		2	2.0000	18.4	
	3	2.0341	18.67		3	2.0229	19.08		3	2.0000	18.8	
	4	2.0077	18.91		4	2.0292	18.40		4	2.0000	18.5	

	5	2.0431	18.99		5	1.9779	17.81		5	2.0000	18.3	
	6	2.0302	19.11		6	1.9879	17.65		6	2.0000	17.7	
	7	2.0056	20.57		7	2.0003	18.79		7	2.0000	17.3	
	8	2.0155	17.92		8	2.0283	17.14		8	2.0000	16.9	
	9	2.0333	18.47		9	2.0308	17.23		9	2.0000	17.2	
	10	2.0423	18.09		10	2.0174	18.09		10	2.0000	17.4	

表10实验室间混合均匀度测定结果对比

实验室	混合均匀度 (%)
长沙兴嘉	3.87
昕嘉生物	3.51
正大预混料	4.14
绝对差值 (%)	0.63

如表10所示，三个实验室间测定同一样品的混合均匀度最大绝对差值为0.63%，表明该方法针对不同铜含量的微量元素预混合饲料产品的混合均匀度测定有较好的再现性。

3.3.3适用性验证

选取国内主要微量元素预混合饲料生产厂家样品：南宁市泽威尔饲料有限责任公司、四川吉隆达生物科技集团有限公司、湖南德邦生物科技股份有限公司、长沙兴嘉生物工程股份有限公司、昕嘉生物技术（长沙）有限公司。

选取不同铜含量的产品。按标准进行采样，抽取10个有代表性的原始样品，每个样品的重量为100g。试样分别寄送至长沙兴嘉生物工程股份有限公司实验室按修订标准第二法原子吸收光谱法分别测定混合均匀度，试验结果见表11。

表11主要微量元素预混合饲料生产厂家混合均匀度检测

	1#标签铜含量：4.2g/kg				2#标签铜含量：9.9g/kg			
	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀度 (%)	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀度 (%)
A 厂家	1	1.3019	5.7	1.55	1	1.0141	9.9	2.26
	2	1.3012	5.5		2	1.0160	9.7	
	3	1.3021	5.7		3	1.0237	9.8	
	4	1.3060	5.6		4	1.0189	9.8	
	5	1.3013	5.5		5	1.0126	9.9	
	6	1.3098	5.6		6	1.0079	9.7	
	7	1.3102	5.5		7	1.0118	9.6	
	8	1.3047	5.6		8	1.0242	9.5	

	9	1.3042	5.7		9	1.0113	9.2	
	10	1.3018	5.6		10	1.0161	9.6	
B 厂 家	1#标签铜含量：1.6-2.4g/kg				2#标签铜含量：28-42g/kg			
	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀 度 (%)	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀 度 (%)
	1	1.5093	2.1	8.87	1	1.0143	36	2.80
	2	1.5051	2.0		2	1.0074	36	
	3	1.5016	2.3		3	1.0059	36	
	4	1.5007	2.3		4	1.0046	36	
	5	1.5027	2.6		5	1.0076	34	
	6	1.5023	2.5		6	1.0200	34	
	7	1.5035	2.4		7	1.0062	35	
	8	1.4996	2.5		8	1.0136	34	
	9	1.5085	2.5		9	1.0081	34	
	10	1.5027	2.6		10	1.0150	34	
	3#标签铜含量：20-30g/kg				4#标签铜含量：8.8-13g/kg			
	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀 度 (%)	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀 度 (%)
	1	1.0008	26	3.91	1	1.0073	10.3	3.01
	2	1.0020	26		2	1.0044	10.0	
	3	1.0023	25		3	1.0049	9.8	
	4	1.0030	24		4	1.0066	10.2	
	5	1.0034	24		5	1.0042	10.0	
	6	1.0010	26		6	1.0069	10.4	
7	1.0016	24	7		1.0069	10.5		
8	1.0018	25	8		1.0078	10.3		
9	1.0016	25	9		1.0109	10.9		
10	1.0025	27	10		1.0056	10.6		
C 厂 家	1#标签铜含量：8-12g/kg				2#标签铜含量：10-15g/kg			
	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀 度 (%)	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀 度 (%)
	1	1.0600	10.5	2.07	1	1.0014	11.8	3.99
	2	1.0134	10.3		2	1.0068	11.1	
	3	1.0195	9.9		3	1.0006	11.4	
	4	1.0182	10.6		4	1.0015	10.5	
	5	1.0091	10.6		5	1.0001	10.6	
	6	1.0077	10.4		6	1.0007	11.4	
	7	1.0232	10.2		7	1.0000	11.3	
	8	1.0072	10.5		8	1.0071	11.4	
9	1.0098	10.2	9		1.0053	10.9		

	10	1.0195	10.5		10	1.0045	11.7	
D 厂家	1#标签铜含量：8-12g/kg				2#标签铜含量：10-15g/kg			
	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀 度 (%)	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀 度 (%)
	1	5.0047	4.8	3.42	1	2.0316	26	2.53
	2	5.0104	5.2		2	2.0061	27	
	3	5.0225	5.3		3	2.0341	27	
	4	5.0394	5.1		4	2.0077	27	
	5	4.9944	5.3		5	2.0431	28	
	6	4.9952	5.3		6	2.0302	27	
	7	5.0032	5.0		7	2.0056	26	
	8	5.0219	5.1		8	2.0155	26	
	9	5.0081	5.2		9	2.0333	26	
10	4.9913	4.9	10		2.0423	27		
E 厂家	1#标签铜含量：1.5g/kg				2#标签铜含量：100g/kg			
	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀 度 (%)	序号	称样量	铜含量 (g/kg)	混合均匀 度 (%)
	1	2.0130	1.6	2.65	1	1.0014	97	1.66
	2	2.0244	1.5		2	1.0068	100	
	3	2.0066	1.5		3	1.0006	101	
	4	2.0204	1.5		4	1.0015	100	
	5	2.0050	1.6		5	1.0001	103	
	6	2.0056	1.5		6	1.0007	102.	
	7	1.8536	1.5		7	1.0000	101	
	8	1.9164	1.5		8	1.0071	102	
	9	1.8640	1.5		9	1.0053	103	
10	1.9500	1.5	10		1.0045	99		

3.4第一法与第二法混合均匀度测定对比分析

对同时含有铜元素及铁元素的微量元素预混合饲料样品，挑选含量、产品类型不同的12个微量元素预混合饲料样品，分别按第一法、第二法测定其混合均匀度，测定结果见表12。

表12 第一法、第二法混合均匀度测定结果对比

生产厂家	D厂家1#	D厂家2#	D厂家3#	E厂家1#	E厂家2#	E厂家3#	C厂家1#	B厂家1#	B厂家3#	B厂家4#	A厂家1#	A厂家2#
第一法	2.16	1.53	2.04	0.72	2.65	1.53	3.30	1.39	2.57	3.31	2.61	4.26
第二法	3.26	3.17	2.97	1.57	2.77	1.66	2.07	8.87	3.91	3.01	1.55	2.26
铁标识值 (g/kg)	90	92	57	114	84	61	18-28	16-24	20-30	38-58	29	80
铜标识值 (g/kg)	7	6.9	1.7	12	9.6	50	8-12	1.6-2.4	20-30	8.8-13	4.2	9.9
绝对差值	1.1	1.64	0.93	0.85	0.12	0.13	1.23	7.48	1.34	0.3	1.06	2

3.4.1 铜源与铁源物理性质差异

铁源常使用微量元素添加剂为：硫酸亚铁、甘氨酸铁、蛋氨酸铁络（螯）合物或其它有机铁，铜源常使用微量元素添加剂为：硫酸铜、碱式氯化铜及蛋氨酸铜络（螯）合物或其它有机铜。两类金属源不同产品之间存在一定的粒度和堆积密度差异，见表13。在现常用的饲料混合工艺的条件下，铁源与铜源混合均匀度会存在一定差异。

表13 铜源、铁源堆积密度对比表

类别	硫酸亚铁	甘氨酸铁	其它有机铁	硫酸铜	碱式氯化铜	其它有机铜
堆积密度 (g/cm ³)	1.0-1.3	0.7-0.8	0.6-1.0	0.9-1.1	1.7-2.1	0.3-0.8

3.4.2 铜源与铁源含量差异

参考《饲料添加剂安全使用规范》（中华人民共和国农业部公告第2625号），其中配合饲料或全混合日粮中的推荐添加量铁为：10-200mg/kg；铜为：0.3-10mg/kg，因此常规的微量元素预混合饲料产品中铜的含量偏低于铁的含量。铜源与铁源含量差异会导致一定的混合均匀度差异。

此外，对于含量较低的元素测定，由于采样等因素的影响，会导致CV值相对偏高。

因此对于标准修订后提供的两个方法分别特指：“第一法比色法”适用于含铁的微量元素预混合饲料的混合均匀度的测定；“第二法原子吸收光谱法”适用于不含铁，含铜的微量元素预混合饲料的混合均匀度的测定。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

无。

五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准

无。

六、与有关法律、法规的关系

本标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章等、严格执行国家强制性标准和行业标准。与相关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调同一性的原则。本标准与现行法律、法规、规章和政策以及有关基础和强制性标准不矛盾。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准无重大分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

本标准未明确涉及某一具体专利，但某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

九、贯彻国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

(1) 首先应在实施前保证文本的充足供应，让每个使用者都能及时得到文本；

(2) 发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传，建议全国饲料工业标准化技术委员会组织标准起草单位通过标准培训、会议宣贯、影音文件等方式，积极开展本标准的宣贯工作；

(3) 建议本标准正式发布后，设定 6 个月的过渡期，过渡 6 个月后实施。

十、其他应当说明的事项

无。

参考文献

- [1] GB/T6682分析 实验室用水规格和试验方法
- [2] GB/T13885 饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定原子吸收光谱法
- [3] GB/T20195 动物饲料试样的制备
- [4] GB/T5918-2008 饲料产品混合均匀度的测定